ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан

ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ОПЕРАТИВНОГО, СТАТИСТИЧЕСКОГО И АРБИТРАЖНОГО КОНТРОЛЯ РЕЗУЛЬТАТОВ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ХИМИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБ

ГП «ЦЕНТРАЛЬНАЯ ЛАБОРАТОРИЯ»

г. Ташкент

ПРЕДИСЛОВИЕ

РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН: Государственным предприятием «Центральная лаборатория» Государственного комитета Республики Узбекистан по геологии и минеральным ресурсам (Госкомгеология)

УТВЕРЖДЕН: Государственным комитетом Республики Узбекистан по геологии и минеральным ресурсам (Госкомгеология)

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Узбекского агентства стандартизации метрологии и сертификации (Агентство «Узстандарт») от 26.11.2018 № 05-1000-1

ВЗАМЕН O`z DSt 1023:2002

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменения к нему на территории Республики Узбекистана публикуется в указателе, издаваемом агентством «Узстандарт». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе, издаваемом агентством «Узстандарт».

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории Узбекистана принадлежит агентству “Узстандарт”

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	2
3	Термины, пределения и сокращения	2
4	Общие положения	4
5	Отбор проб для контрольных анализов	5
6	Внутренний геологический контроль	6
7	Внешний геологический контроль	8
8	Арбитражный контроль	9
	Приложение А Примерная схема обработки разведочной пробы	11

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УЗБЕКИСТАНА

Ўзбекистон Республикасининг
ўлчашлар бирлилигини таъминлаш давлат тизими
ГЕОЛОГИК НАМУНАЛАРНИ МИКДОРИЙ КИМЕВИИ АНАЛИЗЛАР НАТИЖАЛАРИНИ ТЕЗКОР, СТАТИСТИК ВА АРБИТРАЖ ТЕКШИРУВИНИ УТКАЗИШ ТАРТИБИ

Государственная система обеспечения единства измерений
Республики Узбекистан
ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ОПЕРАТИВНОГО, СТАТИСТИЧЕСКОГО И АРБИТРАЖНОГО КОНТРОЛЯ РЕЗУЛЬТАТОВ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ХИМИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБ

Republics of Uzbekistan
state system for ensuring the uniformity of measurements
PROCEDURE OF OPERATIVE, STATISTIC AND ARBITRY CONTROL OVER RESULTS OF QUANTITIVE CHEMICAL ANALYSIS OF GEOLOGIGAL SPECIMEN

Дата введения 04.01.2019

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к организации и порядку проведения оперативного, статистического и арбитражного контроля результатов количественных химических анализов геологических проб и распространяется на лаборатории, выполняющие количественный химический анализ геологических проб в процессе предварительной, детальной, эксплуатационной разведки месторождений негорючих полезных ископаемых.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 18242-72 Статистический приемочный контроль по альтернативному признаку. Планы контроля

ГОСТ ИСО 5725-1- 2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть I. Основные положения и определения.

ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения.

Издание официальное

6502-1
26 11 18

O`z DSt 8.002:2009 Государственная система обеспечения единства измерений РУз. Метрологический контроль и надзор. Основные положения.

O`z DSt 8.010.1:2002 Государственная система обеспечения единства измерений РУз. Метрология. Термины и определения. Часть I. Основные и общие термины.

O`z DSt 8.010.4:2001 Государственная система обеспечения единства измерений РУз. Метрология. Термины и определения. Часть 4. Метрологическое обеспечение аналитического контроля.

O`z DSt 8.016:2002 Государственная система обеспечения единства измерений РУз. Методики выполнения измерений. Основные положения.

O`z DSt 8.019-99 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Порядок проведения внутреннего, внешнего и арбитражного контроля результатов количественных химических анализов продукции, содержащей драгоценные металлы

O`z DSt ISO/IEC 17025:2007 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

O`z DSt 621:1994 Испытания и контроль качества продукции. Основные термины и определения

O`z DSt 766:1996 Статистические методы управления качеством продукции. Основные термины и определения

O`z DSt 3170:2017 Национальная система аккредитации Республики Узбекистан. Рекомендации по аттестации лабораторий

3 Термины, определения и сокращения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Количественный химический анализ: Экспериментальное определение содержания (массовой или объемной доли, молярной концентрации и т.д.) одного или ряда компонентов вещества в пробе физическими, физико-химическими или другими методами.

3.2 Методика количественного химического анализа, методика анализа: детальное описание **измерения** в соответствии с одним или более **принципами измерений** и данным **методом измерений**, которое основано на **модели измерений** и включает вычисления, необходимые для получения **результата измерения**.

3.3 Результат измерений: набор **значений величины**, который приписывается **измеряемой величине** вместе с любой другой доступной значимой информацией

3.4 Принятое опорное значение: значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения, теоретическое или аттестованное значение, базирующееся на экспериментальных работах (с учетом ГОСТ ИСО 5725-1).

3.5 Показатели точности, правильности, прецизионности методики анализа: приписанные характеристики погрешности анализа (методики анализа) и ее составляющих

STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

3.6 Оперативный контроль: Проверка показателей качества измерений, осуществляемая практически одновременно с выполнением рабочих измерений, с целью оценки соответствия прецизионности в услових повторяемости результатов рабочих измерений параметрам, установленным нормативным документом на методику выполнения измерений.

3.7 Статистический контроль: Проверка показателей качества измерений, осуществляемая вне временной зависимости от выполнения рабочих измерений, основанная на принципах математической статистики и выполняемая с целью оценки соответствия прецизионности и правильности результатов рабочих измерений параметрам, установленным нормативным документом на методику выполнения измерений.

3.8 Качество измерений: Совокупность параметров измерительного процесса, характеризующих его потребительские свойства.

3.9 Внутренний контроль: Проверка показателей точности результатов химических анализов проб внутри лаборатории с целью оценки метрологических характеристик методики выполнения измерений, а так же оценки качества работы отдельных исполнителей и лаборатории в целом.

3.10 Внешний контроль: Проверка показателей точности результатов химических анализов проб в лаборатории другого предприятия (организации) с целью достижения единства измерений, своевременного выявления и устранения систематических расхождений в результатах анализа, выполненных в различных лабораториях.

3.11 Арбитражный контроль: Проверка показателей точности результатов химических анализов независимой лабораторией с целью разрешения разногласий между лабораториями по результатам химического анализа одних и тех же проб.

3.12 Проба: Часть партии материала, объекта анализа или анализируемого вещества, подготовленная для анализа.

3.13 Навеска: Часть пробы, используемая при выполнении единичного определения при проведении химического анализа.

3.14 Партия проб: Группа образцов, принадлежащих одному геологическому объекту или обладающих близкими физико-химическими свойствами, валовым составом и сходством минеральных форм измеряемых компонентов.

3.15 Аттестованная смесь: Средство измерений в виде смеси веществ, имеющее нормированные метрологические характеристики, установленные по процедуре приготовления и создаваемое в соответствии с методикой, регламентированной в утвержденной документации.

3.16 Лаборатория: Самостоятельное юридическое лицо, подразделение или группа подразделений юридического лица, выполняющее количественный химический анализ.

3.17 Неопределенность (измерений): Параметр, связанный с результатом измерения и характеризующий разброс (рассеяние) значений, которые с достаточным основанием могут быть приписаны измеряемой величине.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Примечания

1 Параметром может быть, например, стандартное отклонение (или кратное ему число) или ширина доверительного интервала.

2 Неопределенность измерения обычно включает много составляющих. Некоторые из этих составляющих могут быть оценены из статистического распределения результатов рядов измерений и могут характеризоваться экспериментальными стандартными отклонениями. Другие составляющие, которые также могут характеризоваться стандартными отклонениями, оценивают из предполагаемых распределений вероятностей, основанных на опыте или другой информации.

3 Очевидно, что результат измерения является наилучшей оценкой значения измеряемой величины и что все составляющие неопределенности, включая те, которые возникают от систематических эффектов, связанных с поправками и эталонами сравнения, вносят вклад в дисперсию.

3.18 Стандартная неопределенность: Неопределенность результата измерения, выраженная как стандартное отклонение.

3.19 Суммарная стандартная неопределенность: Стандартная неопределенность результата измерения, когда результат получают из значений ряда других величин, равная положительному квадратному корню суммы членов, причем эти члены являются дисперсиями или ковариациями этих других величин, взвешенными в соответствии с тем, как результат измерения изменяется в зависимости от измерения этих величин.

3.20 Расширенная неопределенность: Величина, определяющая интервал вокруг результата измерения, в пределах которого, можно ожидать, находится большая часть распределения значений, которые с достаточным основанием могли быть приписаны измеряемой величине.

Остальные термины по O`z DSt 621, O`z DSt 766, O`z DSt 8.010.1, O`z DSt 8.010.4, O`z DSt 8.016, O`z DSt 8.019, Руководство ISO/IEC GUIDE 99 (E/R) [1].

В настоящем стандарте применяют следующие сокращения:

СО - стандартный образец состава и свойств веществ и материалов;

МВИ - методика выполнения измерений;

КХА - количественный химический анализ;

АС – аттестованная смесь,

НД - нормативный документ.

4 Общие положения

4.1 Оперативный и статистический контроль результатов КХА являются неотъемлемой частью системы качества работы лаборатории, и входит в систему метрологического контроля согласно O‘z DSt 8.002.

4.2 Оперативный и статистический контроль предназначены для оценки качества результатов КХА, получаемых в лаборатории в процессе текущих измерений методами I-IV категории точности.

4.3 Арбитражный контроль предназначен для решения спорных вопросов между лабораториями относительно результатов КХА одних и тех же проб.

O`ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

4.4 Оперативный контроль заключается в проведении контрольных измерений (параллельных наблюдений) в одной серии с рабочими измерениями и предназначен для оперативной оценки «дефектности» (соответствия требованиям НД) результатов рабочих измерений.

4.5 Оперативный контроль осуществляется путем оценки правильности и прецизионности (воспроизводимости и повторяемости) результатов измерений и определения их соответствия нормам, заложенным в НД.

4.6 Оперативный контроль обеспечивает представление (выдачу) заказчику результатов КХА партии проб с прецизионностью в условиях воспроизводимости и правильность и не хуже регламентируемых соответствующими НД.

4.7 Оперативный и статистический контроль помимо контроля качества измерений, служат одним из средств оценки качества работы лаборатории.

Качество работы лаборатории оценивается отношением числа забракованных партий проб к общему числу партий, проанализированных лабораторией, которое не должно превышать 6,5 %.

4.8 Оперативный контроль может служить средством оценки качества работы исполнителей (операторов) анализа, которое оценивается отношением числа забракованных измерений к общему числу измерений, выполненных исполнителем за отчетный период.

При выполнении оперативного контроля результатов КХА в качестве средств контроля используют:

- рабочие пробы;
- стандартные образцы (СО) или аттестованные смеси (АС);
- рабочие пробы с известной добавкой определяемого компонента;
- другие методики КХА с установленными характеристиками погрешности.

Исполнитель анализов осуществляет оперативный контроль с целью проверки качества своей работы по результатам анализа рабочих проб (воспроизводимость и повторяемости) и контрольных образцов (правильности), содержание контролируемого компонента в которых исполнителю известно.

Оперативный контроль прецизионности выполняется в двух вариантах:

Оперативный контроль прецизионности в условиях повторяемости результатов испытаний проб проводят при получении каждого результата испытаний, предусматривающего проведение параллельных определений.

Оперативный контроль прецизионности в условиях воспоизводимости осуществляют на рабочих пробах: в разных лабораториях, разными исполнителями или одним исполнителем в разное время. Статистическая обработка основывается на стандартном отклонении воспроизводимости.

4.9 Руководитель лаборатории (группа контроля) осуществляет контроль качества результатов КХА, используя алгоритмы с целью оперативной проверки качества анализа отдельной партии проб. Контрольные пробы,

O`ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

обязательно в зашифрованном виде, включают в контролируемую партию проб (один и тот же исполнитель) или передают другому исполнителю.

Руководитель лаборатории (группа контроля) может достаточно оперативно получить представление о качестве анализа всей партии проб ненамного хуже, чем при 100 %-ном контроле.

4.10 Результаты анализа партии проб могут быть выданы заказчику только после выполнения контроля и только в случае, если заключение о качестве анализов положительно.

4.11 Статистический контроль заключается в проведении серии повторных измерений ранее проанализированных, за определенный период времени, проб, а так же проб СО (аттестованных смесей) или проб с добавкой и предназначен для статистической оценки «дефектности» серии рабочих измерений.

4.12 Статистический контроль осуществляется путем внутреннего и внешнего контроля качества выполнения измерений по МВИ. При внутреннем статистическом контроле оцениваются воспроизводимость (характеристика случайной составляющей погрешности) и правильность (характеристика систематической составляющей погрешности) результатов измерений.

4.13 При внешнем статистическом контроле оценивается правильность (характеристика точности) результатов измерений.

4.14 Оперативный и внутренний статистический контроль осуществляется руководством лаборатории или юридического лица в состав которого входит лаборатория.

4.15 Внешний статистический контроль осуществляется компетентными лабораториями, аттестованными в соответствии с O`z DSt 3170 или аккредитованными в соответствии с O`z DSt ISO/IEC 17025.

4.16 Арбитражный контроль осуществляется компетентными лабораториями, аттестованными в соответствии с O`z DSt 3170 или аккредитованными в соответствии с O`z DSt ISO/IEC 17025.

4.17 Допускается применять не предусмотренные настоящим стандартом методы контроля, утверждённые в установленном порядке.

5 Организация и порядок проведения оперативного контроля прецизионности в условиях воспроизводимости

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

5.1 Оперативный контроль проводится руководителем лаборатории и

является обязательным для всех исполнителей (операторов) процесса измерений.

5.2 Объектом оперативного контроля является партия проб, в которой определяют один и тот же компонент или одну и ту же группу компонентов.

5.3 Партия проб формируется лицом ответственным за проведение контроля. Партия может быть сформирована из нескольких мелких однотипных заказов или одного заказа, содержащего достаточное число проб. Если объем заказа очень велик, он может быть разделен на несколько партий.

В партии должно быть не менее 16 проб. В виде исключения разрешается формировать партии меньшего объема.

5.4 Оперативный контроль прецизионности в условиях воспроизводимости основан на выборочном повторном анализе части проб каждой партии.

5.4.1 Для выполнения контроля от партии проб отбирают контрольную выборку (часть проб), представляющую контрольную партию по всему диапазону содержаний определяемого компонента. Каждую контрольную пробу отбирают из той же «аналитической лабораторной пробы», из которой была взята навеска основного анализа. Пробы контрольной выборки регистрируют в отдельном журнале (приложение А) и шифруют.

5.4.2 Пробы контрольной выборки выдают другому исполнителю обязательно в зашифрованном виде. Если в лаборатории нет другого исполнителя, то контрольные пробы включают в другую партию.

5.4.3 Объем выборки «n», т.е. число проб, отбираемых для выполнения контрольных измерений, устанавливается по таблице 1 в зависимости от объема партии случайным образом - с помощью таблицы случайных чисел (приложение В)

Примечание - В период освоения новых методик или при анализе нового объекта для уменьшения риска лаборатории и заказчика увеличивают объем контрольной выборки на одну ступень с соответствующим увеличением приемочного числа.

5.4.4 Контроль прецизионности в условиях воспроизводимости осуществляется сопоставлением абсолютных или относительных (в процентах) расхождений между основными и контрольными измерениями с допустимыми расхождениями, регламентируемыми в НД. При этом число расхождений, превышающих допустимые, не должно превышать приемочных чисел, приведенных в таблице 1.

Примечания:

1 Если в НД приведены значения среднего квадратического отклонения (СКО) воспроизводимости $\sigma_в$ или случайной составляющей погрешности $\sigma(\Delta)$, или допустимого относительного СКО $\sigma_{D,r}$, то допустимое расхождение рассчитывают по формуле $d=2,77\ \sigma_в$, или $d=\sigma(\Delta)$, или $d=\sigma_{D,r}$.

2 Если в НД приведены допустимые расхождения для методов КХА третьей категории, то при контроле МВИ других категорий величина d должна быть умножена на соответствующий коэффициент Θ, равный 0,33 для первой категории и равный 0,5 для второй категории.

5.4.5 Допустимое число бракованных результатов в выборке объемом «n» регламентируется приемочным числом. Бракованными результатами называются результаты основных и контрольных измерений, абсолютное или

O`z STANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

относительное расхождение между которыми больше допустимого «d».

Таблица 1. Приемочные числа и необходимые объемы контрольных выборок при различном числе проанализированных проб и приемочных уровнях показателя качества (дефектности)

№	n	P_α=6,5 %		P_α=4,0 %		P_α=2,5 %	
		C	C_1	C	C_1	C	C_1
2-8	2	0	0 из 3	0 из 3	0 из 5	0 из 5	0 из 8
9-15	3	0 из 2	0	0	0 из 5	0 из 5	0 из 8
16-25	5	1 из 8	1 из 13	0 из 3	0	0	0 из 8
26-50	8	1	1 из 13	1 из 5	1 из 20	0 из 5	0
51-90	13	2	1	1	1 из 20	1 из 20	1 из 32
91-150	20	3	2	2	1	1	1 из 32
151-280	32	5	3	3	2	2	1
281-500	50	7	5	5	3	3	2
501-1200	80	10	8	7	5	5	3
1201-3200	125	14	12	10	8	7	5

где

N - число проб в партии;

n - число проб которое должно быть проконтролировано (объем контрольной выборки);

C - приемочное число при нормальном контроле;

C_1 - приемочное число при усиленном контроле;

P_α - приемочный уровень качества (дефектности) - относительное количество (в процентах) статистически расходящихся (т.е. не укладывающихся в допуск) результатов измерений к общему числу измерений.

Примечания:

1 Основным приемочным уровнем P_α является 6,5 %. Уровни 4,0 % и 2,5 % устанавливаются при значительных объемах проб или для особо ответственных измерений, например арбитражных.

2 Приемочные уровни P_α устанавливаются руководством лаборатории или юридического лица, в состав которого входит лаборатория.

5.4.6 Результаты измерений (анализа) партии проб считаются принятыми и подлежат сдаче заказчику, если при объеме выборки «n» за границы допустимых расхождений выйдет не большее число результатов, чем это разрешено приемочным числом C при нормальном контроле или приемочным числом C_1 при усиленном контроле.

Примечание - В контрольной выборке из принятой партии анализы с забракованными результатами не переделываются, при этом заказчику выдается предпочтительно основной результат (по усмотрению руководителя лаборатории).

5.4.7 Если за границы допустимых расхождений вышло большее число результатов измерений, чем разрешено таблицей 1, партия измерений бракуется. В этом случае повторным измерениям после выяснения причин брака

© STANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

подвергаются все оставшиеся не проконтролированные пробы данной партии, а так же повторяют все измерения проб из контрольной выборки, результаты которых были забракованы (100 %-ная переделка партии). Пробы на повторный контроль направляют в зашифрованном виде.

5.4.8 Результаты измерений партии проб со 100 %-ным контролем принимаются и сдаются заказчику, если число бракованных результатов в партии не превышает 7 %. В противном случае анализы с недопустимо расходящимися результатами подлежат переделке после детального выяснения причин повышенного числа расхождений.

Причины получения бракованных результатов, превышающих удвоенную величину допуска, подлежат выяснению во всех случаях.

5.4.9 При рядовом анализе заказчику сообщают результат основного незашифрованного измерения (усреднение результатов основного и контрольного измерений не разрешается во избежание внесения неравноточности в результаты анализа всей партии).

5.4.10 Факт забракования партии анализов должен быть зарегистрирован в журнале выдачи результатов анализа (дата, исполнитель, МВИ, определяемый компонент, характер проб по составу, номер партии, заказчик).

5.4.11 Усиленный контроль к МВИ применяют в случае, если наблюдается большое число расхождений между результатами контрольных измерений, полученных разными исполнителями при анализе по этой МВИ нескольких партий проб.

Примечание - При использовании оперативного контроля для оценки качества работы исполнителей (операторов) измерений, усиленный контроль применяют после забракования одной партии проб.

5.4.12 В случае забракования МВИ по результатам анализа нескольких партий проб, выполненных разными исполнителями, руководство лаборатории обязано выяснить причины брака, после чего пять партий проб должны быть подвергнуты усиленному контролю разными исполнителями.

5.5 Оперативный контроль правильности основан на воспроизведении аттестованной характеристики СО, аттестованной смеси или величины добавки, введенной в пробу.

5.5.1 Для выполнения контроля одновременно с партией проб, поступающей на измерения проводят измерения зашифрованных проб стандартных образцов (аттестованных смесей) или проб с добавкой. При этом, по области применения СО или аттестованная смесь должны соответствовать химическому и минералогическому составу измеряемых проб, аттестованное значение не должно отличаться от ориентировочного содержания измеряемого компонента больше чем в полтора - два раза, погрешность установления аттестованного значения должна быть как минимум в полтора раза меньше погрешности МВИ. Для проб с добавкой величина добавки должна увеличивать (уменьшать) измеряемое значение в пробе не более чем в два раза и не менее чем в полтора раза.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

5.5.2 Объем контрольных проб, направляемых на

контроль правильности должен составлять около 15 % от числа проб рабочих измерений.

Примечание - При использовании метода добавок на контроль отправляют в зашифрованном виде пробу с добавкой и соответствующую ей пробу без добавки.

5.5.3 Условием правильности результатов измерений компонентов в пробах, при использовании стандартных образцов, является выполнение неравенства (при доверительной вероятности P=0,95):

$$П \leq 0{,}7d, \text{ или } П \leq 1{,}44\sigma_в, \text{ или } П \leq 1{,}44\sigma(\Delta), \text{ или } П \leq 1{,}44\sigma_{D,r},$$

где

П - показатель правильности результатов измерений - расхождение между аттестованным и измеренным значением стандартного образца;

d - допускаемое расхождение между результатами измерений

5.5.4 Условием правильности результатов измерений компонентов в пробах, при использовании метода добавок, является выполнение неравенства (при доверительной вероятности P=0,95):

$$П \leq 0{,}5(d_1^2 + d_2^2)^{1/2},$$

где

П - показатель правильности результатов измерений - расхождение между результатами измерений проб без добавки и с добавкой,

$d_{сх1}^2$ - допускаемое расхождение между результатами измерений в пробах без добавки;

$d_{сх2}^2$ - допускаемое расхождение между результатами измерений в пробах с добавкой.

Если $d_1 = d_2$, то $П \leq 0{,}7d$.

5.5.5 Если отклонения воспроизведенных значений аттестованного значения характеристики стандартного образца (аттестованной смеси) или величины добавки превышают допускаемые значения, то проводят повторные измерения. Если при этом вновь будет выявлено отклонение от установленных норм, измерения прекращают до выявления и устранения причин возникновения систематических погрешностей.

5.6 Пример проведения оперативного контроля приведен в приложении С.

6 Организация и порядок проведения внутреннего статистического контроля

6.1 Внутренний статистический контроль организуется руководителем лаборатории и является обязательным для всех исполнителей анализов.

6.2 Перечень проб (материалов), результаты анализа которых подлежал контролю, устанавливает руководитель лаборатории или юридического лица, в состав которого входит лаборатория.

© "O'ZSTANDART" AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

6.3 Периодичность внутреннего статистического контроля по каждой методике выполнения измерений устанавливается руководителем лаборатории и фиксируется в журнале.

6.4 Внутренний статистический контроль осуществляется путем повторного анализа части (контрольной выборки) проб, поступивших на анализ, а также путем анализа зашифрованных проб с известным содержанием компонентов или стандартных образцов состава.

6.5 Внутренний статистический контроль прецизионности в условиях воспроизводимости проводится по одноступенчатому корректируемому плану статистического контроля по альтернативному признаку по ГОСТ 18242.

Альтернативным признаком является удовлетворение или неудовлетворение установленного в МВИ допускаемого расхождения между двумя результатами КХА одной и той же пробы.

6.5.1 Параметры одноступенчатого плана выборочного статистического контроля приведены в таблице 1.

6.5.2 Пробы контрольной выборки регистрируют в отдельном журнале и шифруют. Рекомендуемая форма журнала приведена в приложении А

6.5.3 Внутренний статистический контроль прецизионности в условиях воспроизводимости выполняется следующим образом: из общего числа проб N, для которых получены результаты КХА при текущей аналитической работе за проверяемый период времени и расположенных в ряд по возрастанию порядковых номеров проб, случайным образом - с помощью таблицы случайных чисел (приложение В) формируют контрольную выборку объемом «n». Объем выборки определяют по таблице 1, при этом, если в столбце приемочных чисел стоит значение приемочного числа с указанием, из какого числа проб оно допустимо, то величину «n» выбирают не по столбцу значений «n», а по указанному в столбце приемочного числа.

Каждую контрольную пробу отбирают из той же аналитической пробы, из которой взята навеска для первичного анализа.

Каждую из проб этой выборки сдают на повторный анализ. Передачу проб на повторный анализ так же планируют случайным образом с целью вскрытия всех изменений, которые имели место при проведении анализов производственных проб. Случайным образом варьируют время повторного анализа, исполнителей, используемую аппаратуру и реактивы, но при этом всегда выполняют повторный анализ по той же методике, что и предыдущий. Полученный результат повторного анализа сопоставляют с результатами первичного анализа, подсчитывают число проб, для которых расхождения между первичным и повторным результатами анализа превышает допускаемые, установленные в НД и сопоставляют это число с приемочным числом, приведенным в таблице 1. Если полученное число проб не превышает приемочное число С (нормальный контроль), то все результаты анализа за проверяемый период считают удовлетворяющими требованиям по воспроизводимости.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

В случае, если число расхождений, больших допускаемых, превышает приемочное число С (нормальный контроль) в двух партиях из пяти, то переходят от нормального контроля к усиленному. Результаты измерений за проверяемый период времени считают годными, если число расхождений, больших допускаемых, не превышает приемочное число C_1 (усиленный контроль). Критерий усиленного контроля сохраняется в течении времени, установленного руководством лаборатории или юридического лица, в состав которого входит лаборатория. Если за это время воспроизводимость будет удовлетворять критерию усиленного контроля, переходят к критерию нормального контроля.

6.5.4 Партия со стопроцентным внутренним контролем считается годной, если число проб, для которых расхождение результатов более допускаемых, не превышает величины P_α. В противном случае все недопустимо расходящиеся результаты подлежат уточнению с выяснением причин повышенного числа расхождений.

Причина отклонений, превышающих удвоенную величину допуска, подлежит выяснению во всех случаях.

6.5.5 Результаты внутреннего статистического контроля воспроизводимости регистрируют в журнале.

6.5.6 Результаты внутреннего статистического контроля воспроизводимости используют для разработки мероприятий по повышению точности результатов измерений, уточнения метрологических характеристик используемых МВИ, оценки качества работы исполнителей и лабораторий в целом.

6.6 Внутренний статистический контроль правильности проводится путем оценки соответствия характеристик точности результатов измерений нормативам, установленным, соответствующими НД.

6.6.1 Внутренний статистический контроль правильности проводится с помощью СО или аттестованных смесей.

Примечание - Допускается применение иных метрологически обоснованных методов, например, другой МВИ, основанной на ином методе измерений, методов добавок, меченных атомов и т. д. При этом правила и порядок внутреннего статистического контроля правильности должны быть согласованы и утверждены в установленном порядке.

6.6.2 Число измерений при внутреннем контроле правильности должно быть не меньше трех процентов от общего числа выполняемых по каждой МВИ рядовых измерений. Общее число контрольных измерений должно быть не менее 5 % от общего числа измерений, выполненных в лаборатории по различным МВИ и быть статистически достаточным для получения надежных результатов контроля.

6.6.3 Набор СО или аттестованных смесей для контроля должен охватывать весь контролируемый диапазон содержаний определяемого компонента в анализируемых пробах за данный период контроля.

6.6.4 По области применения СО или аттестованная смесь должны соответствовать химическому и минералогическому составу измеряемых проб, аттестованное значение не должно отличаться от ориентировочного

O`ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

содержания измеряемого компонента больше чем в полтора - два раза, а погрешность установления аттестованного значения должна быть как минимум в полтора раза меньше погрешности МВИ.

6.6.5 Пробы СО или аттестованных смесей в зашифрованном виде включают в партию рядовых проб.

Примечание - Рекомендуется включать одни и те же СО или аттестованные смеси в основную партию проб и контрольную выборку при выполнении оперативного контроля воспроизводимости результатов измерений.

6.6.6 Общее число измерений контролируемого компонента в СО или аттестованной смеси на каждый интервал содержаний должно быть не менее 15 (N=15)

6.6.7 Рассчитывают среднее значение разности между аттестованным и воспроизведенным значениями характеристики СО или аттестованной смеси:

$$d_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^{N}(C_i - C_0)}{N}$$

для абсолютной систематической погрешности, или

$$d_r = \frac{d_{cp} \cdot 100}{C_0}$$

для относительной систематической погрешности,

где

C_i, - воспроизведенное значение аттестованной характеристики стандартного образца;

C_0 - значение аттестованной характеристики стандартного образца.

6.6.8 Оценивают значимость систематической погрешности на фоне случайной.

Если $d_{cp} \leq 0{,}8\sigma_в$, или $d_{cp} \leq 0{,}8\sigma(\Delta)$, или $d_{cp} \leq 0{,}8\ \sigma_{D,r}$, то систематическая погрешность не значима на фоне случайной погрешности и все результаты измерений, выполненные за контролируемый период не содержат с доверительной вероятностью 0,95, систематических погрешностей.

$\sigma_в$ - СКО воспроизводимости МВИ; $\sigma(\Delta)$ - случайная составляющая погрешности МВИ;

$\sigma_{D,r}$ - допустимое СКО результатов измерений (норма), регламентируемое НД на продукцию или НД общих требований.

6.6.9 Если условия 6.6.8 не выполняются необходимо выяснить и устранить причины возникновения систематических погрешностей.

6.7 Пример проведения внутреннего контроля приведен в приложении Е.

6.8 Оценка неопределенности измерений проведения внутреннего статистического контроля

6.8.1 Если задана стандартная или суммарная неопределенность

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

стандартного образца, то в этом случае их оценкам будут соответствовать среднеквадратические отклонения:

$$\sigma(C_0) = u(C_0),$$
$$\text{или } \sigma(C_0) = u_c(C_0)$$

где

$u(C_0)$ и $u_c(C_0)$ – соответственно стандартная и суммарная неопределенность установления аттестованного значения СО;

C_0 – значение аттестованной характеристики СО;

$\sigma(A)$ – среднее квадратическое отклонение аттестованного значения СО.

6.8.2 Если задана расширенная неопределенность (U) при доверительной вероятности (P) и коэффициенте охвата (k), или расширенная неопределенность с указанием доверительной вероятности (U_P) и коэффициент охвата с указанием доверительной вероятности (k_P), то в этом случае ее оценке будет соответствовать среднее квадратическое отклонение:

$$\sigma(C_0) = U(C_0)/k,$$
$$\text{или } \sigma(C_0) = U_P(C_0)/k_P$$

где

$U(C_0)$ и $U_P(C_0)$ – соответственно расширенная и расширенная с установленной доверительной вероятностью неопределенность установления аттестованного значения СО.

6.8.3 Если задана расширенная неопределенность при некоторой доверительной вероятности (P) без указания коэффициента охвата и при этом указаны либо число лабораторий, участников межлабораторного эксперимента по оценке метрологических характеристик стандартных образцов, либо критерий Стьюдента (t-критерий) с соответствующим числом степеней свободы, то в этом случае ее оценке будет соответствовать среднее квадратическое отклонение:

$$\sigma(C_0) = [U(C_0)\sqrt{n}]/t.$$

После выражения неопределенности в виде оценки среднего квадратического отклонения выбор СО, по точности, осуществляется так же как для средств измерений, когда погрешность средства измерений (СО) распределена по закону равных вероятностей.

7. Организация и порядок проведения внешнего статистического контроля

7.1 Внешний статистический контроль организует ГП «Центральная лаборатория» Госкомгеологии.

7.2 Перечень проб (материалов), результаты КХА которых подлежат

O`ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

внешнему контролю ГП «Центральная лаборатория». При этом обязательному контролю подлежат пробы, результаты анализа которых используются в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора.

7.3 Внешний контроль проводится путем повторного анализа в контролирующей лаборатории тех аналитических проб, которые подверглись первичному анализу и прошли внутренний контроль, т.е. имеющие два результата измерений.

7.4 Количество проб, подвергаемых внешнему контролю, определяется ГП «Центральная лаборатория» Госкомгеологии по согласованию с контролируемой лабораторией и составляет до 10 % общего объема анализов геологических проб. Минимальная партия должна содержать не менее 9 проб по каждому установленному интервалу содержаний определяемого компонента при приемочном уровне показателей качества контролируемой лаборатории P_{α}=6.5 %, 16 проб при P_{α}=4.0 % и 26 проб при P_{α}=2.5 %.

Примечание - Для лабораторий с хорошо организованной системой внутреннего статистического контроля правильности по 6.6, объем внешнего контроля может быть снижен до пяти и менее процентов от общего объема анализов геологических проб.

7.5 Лаборатории, постоянно выполняющие значительные количества измерений одних и тех же компонентов в определенных объектах, направляют на внешний контроль партии проб ежеквартально.

Примечание - По соглашению между контролирующей и контролируемой лабораториями допускается применять иной график предоставления проб.

7.6 Партии проб, направляемых на внешний контроль, формируются руководителем лаборатории. При формировании партии проб они классифицируются по интервалам содержаний анализируемого элемента. В один интервал могут быть включены пробы, различающиеся по содержаниям не более чем в три раза.

7.7 Масса пробы, направляемой на внешний контроль, должна быть согласована с контролирующей лабораторией.

Пробы должны быть упакованы в полиэтиленовый пакет, помещаемый в пакет из плотной бумаги, на котором проставляется номер пробы, наименование лаборатории, направившей пробу, и дата отправки.

Примечание - В обоснованных случаях допускается иной способ упаковки и идентификации проб.

7.8 Одновременно с пробами контролируемая лаборатория отправляет в контролирующую лабораторию письмо-заказ, а также сопроводительную ведомость, в которой дается краткая характеристика проб, их лабораторные номера, масса каждой пробы, измеряемые параметры, результаты параллельных наблюдений основного и контрольного анализа, а также полное наименование МВИ и (или) ссылка на нормативный документ, ее регламентирующий.

7.9 Контрольные анализы выполняются по тем же МВИ, что и основные анализы, либо более точными.

O`ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

7.10 Контрольные анализы выполняются с применением внутрилабо-

раторным контролем.

7.11 Внешний контроль должен быть выполнен в срок, не превышающий трех месяцев со дня поступления проб и сопроводительных документов.

7.12 Контрольные пробы и результаты их анализа регистрируются в журнале как контролирующей, так и контролируемой лабораториями (приложение А).

7.13 Если результаты анализов, полученные в контролирующей лаборатории, признаны удовлетворительными, вычисляют расхождения между результатами измерений полученными в контролирующей и контролируемой лабораториях и сравнивают их с допускаемыми расхождениями, указанными в документе на МВИ. Для этого в каждом интервале содержаний компонента, для каждой пары результатов контролируемой и контролирующей лабораторий вычисляют средние арифметические значения X_1 и X_2 по формулам (7.1) и (7.2).

$$X_1=(X_{1o} + X_{1k})/2 \qquad (7.1)$$

$$X_2 =(X_{2o}+X_{2k})/2 \qquad (7.2)$$

где

X_1 и X_2 - средние арифметические результаты измерений соответственно контролирующей и контролируемой лабораторий;

X_{1o} и X_{2o} - результаты первичных измерений в контролирующей и контролируемой лабораториях соответственно:

X_{1k} и X_{2k} - результаты контрольных (внутрилабораторных) измерений в контролирующей и контролируемой лабораториях соответственно.

Среднее арифметическое значение расхождений R для каждого интервала вычисляют по формуле (7.3)

$$R = \frac{\sum_{i=1}^{m}(X_1 - X_2)}{m} \qquad (7.3)$$

где m - число проб.

7.14 Измерения состава партии проб считают соответствующими требованиям, с доверительной вероятностью 0.95, если:

$$R \cdot \frac{\sqrt{m}}{d} \le 0{,}7 \qquad (7.4)$$

где

d - допускаемое расхождение между результатами измерений,

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

регламентируемое МВИ.

Примечание - Если в контролируемой и контролирующей лабораториях применялись разные методики с разными допустимыми расхождениями, то

$$d = \sqrt{d_1^2 + d_2^2}$$

7.15 Если в методике выполнения измерений отсутствует значение допускаемого расхождения между результатами измерений, в качестве оценки значимости систематических расхождений между результатами анализа в контролирующей и контролируемой лабораториях используют критерий Стьюдента t в соответствии с формулой (7.5)

$$t \geq \frac{|R|\sqrt{m}}{S} \qquad (7.5)$$

где

S - выборочное стандартное отклонение расхождений, рассчитываемое по формуле (7.6):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m}(R - R_i)^2}{m-1}} \qquad (7.6)$$

$$R_i = X_{1i} - X_{2i} \qquad (7.7)$$

Значение критерия Стьюдента определяется по таблице (приложение Е) при числе степеней свободы f=m - 1.

7.16 Если результаты измерений не удовлетворяют условиям формулы 7.4 и 7.5 контролирующая и контролируемая лаборатории составляют план выявления и устранения причин, вызвавших повышенные расхождения результатов анализов.

7.17 Результаты внешнего контроля направляются в контролируемую лабораторию.

7.18 Расходы по выполнению контрольных измерений несет контролируемая лаборатория.

7.19 Пример оценки значимости расхождений результатов анализов, полученных в контролирующей и контролируемой лабораториях приведен в приложении F.

8 Организация и проведение арбитражного контроля

8.1 Арбитражный контроль качества анализов проводится в том случае, если между результатами, полученными в разных лабораториях, имеет место статистически значимое систематическое расхождение, причины которого не удалось установить.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

8.2 Арбитражный контроль организуется аттестованными или аккредитованными лабораториями и проводится по методикам выполнения измерений, допущенным к применению в сфере Государственного метрологического контроля, обеспечивающим получение результатов с минимальными погрешностями.

В арбитражную лабораторию представляют:

- дубликаты пробы, проанализированные в лабораториях;
- характеристику каждой пробы, направляемой на арбитражный анализ;
- наименование МВИ и ссылка на НД, регламентирующий методику.

8.3 Арбитражный анализ выполняется при стопроцентном внутреннем контроле по шифрованным пробам одним или несколькими методами анализа разными исполнителями и, по возможности, с временным интервалом. При наличии стандартных образцов состава, аналогичных исследуемым пробам, их следует обязательно включать в зашифрованном виде в число проб арбитражного анализа. Приемочный показатель качества внутреннего контроля, при проведении арбитражного контроля, должен быть не выше 4,0 %.

8.4 Результаты анализов арбитражного контроля сравниваются с результатами анализов лабораторий.

Методика выявления систематических расхождений та же, что и при обработке результатов внешнего контроля по 7.13 - 7.15.

8.5 Данные арбитражного контроля принимаются за истинные, а установленную систематическую погрешность полностью относят к тем результатам анализа, которые имеют систематическую погрешность.

8.6 Заключение арбитражной лаборатории вместе с результатами арбитражных анализов направляют заинтересованным лабораториям.

8.7 Срок выполнения арбитражных анализов - не более трех месяцев со дня поступления проб и сопроводительных документов в арбитражную лабораторию.

8.8 В случае возникновения разногласий по результатам анализа между лабораториями, арбитражная лаборатория назначается уполномоченным, из числа наиболее квалифицированных лабораторий аттестованных в соответствии с O'z DSt 3170 или аккредитованных в соответствии с O'z DSt ISO/IEC 17025.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма первого и последующих листов журнала регистрации контрольных проб и результатов контроля

Дата	Номер пробы		Наименование (обозначение)			Результаты анализа		Заключение о годности результатов анализов
	Первичный	Повторный	продукта	Методики анализа	Опред. компонента	Первичного	Повторного	
1	2	3	4	5	6	7	8	9

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH

Приложение В
(справочное)

Таблица случайных чисел

№	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	10480	15011	01536	02011	81647	91646	69179	14194	62590	36207
2	22368	46573	25595	85393	30995	89198	27982	53402	53402	34095
3	24130	48360	22527	97265	76393	64809	15179	24830	49340	32081
4	42167	93093	06243	61680	07856	16376	39440	53537	71341	57004
5	37570	39975	81837	16656	06121	91782	60468	81305	49684	60672
6	77921	06907	11008	42751	27756	53498	18602	70659	90655	15053
7	99562	72905	56420	69994	98872	31016	71194	18738	44013	48840
8	96301	91977	05463	07972	18876	20922	94595	56869	69014	60045
9	89579	14342	63661	10281	17453	18103	57740	84378	25331	12566
10	85475	36857	53342	53988	53060	59533	38867	62300	08158	17983
11	28918	69578	88231	33276	70997	79936	56865	05859	90106	31595
12	63553	40961	48235	03427	49626	69445	18663	72695	52180	20847
13	09429	93969	52636	92737	88974	33488	36320	17617	30015	08272
14	10365	61129	87529	85689	48237	52267	67689	93394	01511	26358
15	07119	97336	71048	08178	77233	13916	47564	81056	97735	58977
16	51085	12765	51821	51259	77452	16308	60756	92144	49442	53900
17	02368	21382	52404	60268	89368	19885	55322	44819	01188	62555
18	01011	54092	33362	94904	31273	04146	18594	29852	71585	85030
19	52162	53916	46369	58586	23216	14513	83149	98736	23495	64350
20	07056	9762S	33787	09998	42698	06691	76988	13602	51851	46104
21	48663	91245	85828	14346	09172	30168	90229	04734	59193	22178
22	54164	58492	22421	74103	47070	25306	76468	26384	58151	06646
23	32639	32363	05597	24200	13363	38005	94342	28728	35806	06912
24	29334	27001	87637	87308	58731	00256	45834	15398	46557	41135
25	02488	33062	28834	07351	19731	92420	60952	61280	50001	67658
26	81525	72295	04839	96423	24878	82651	66566	14778	76797	14780
27	29676	20591	68086	26432	46901	20849	89768	81536	86645	12659
28	00742	57392	39064	66432	84673	40027	32832	61832	98947	96067
29	05366	04213	25669	26422	44407	44048	37937	63904	45766	66134
30	91921	26418	64117	94305	26766	25940	39972	22209	71500	64568
31	00582	04711	87917	77341	42206	35126	74087	99547	81817	42607
32	00725	69884	62797	56170	86324	88072	76222	36086	84637	93161
33	69011	65795	95876	55293	18988	27354	26575	08625	40801	59920
34	25976	57948	29888	88604	67917	48708	18912	82271	65424	69774
35	09763	83473	73577	12908	30883	18317	28290	35797	05998	41688
36	91567	42595	27958	30134	04024	86385	29880	99730	55536	84855
37	17955	56349	90999	49127	20044	59931	06115	20542	18059	02008
38	46503	18584	18845	49618	02304	51038	20655	58727	28168	15475
39	92157	89634	94824	78171	84610	82834	09922	25417	44137	48413
40	14577	62765	35605	81263	39667	47358	56873	56307	61607	49518
41	98427	07523	33362	64270	01638	92477	66969	98420	04880	45585
42	34914	63976	88720	82765	34476	17032	87589	40836	32427	70002
43	70060	28277	39475	46473	23219	53416	94970	25832	69975	94884
44	53976	54914	06990	67245	68350	82948	11398	42878	80287	88267
45	76072	29515	40980	07391	58745	25774	22987	80059	39911	96189
46	90725	52210	83974	29992	65831	38857	50490	83765	55657	14361
47	64364	67412	33339	31926	14883	24413	59744	92351	97473	89286
48	08962	00358	31662	25388	61642	34072	81249	35648	56891	69352
49	95012	68379	93526	70765	10592	04542	76463	54328	02349	17247
50	15664	10493	20492	38391	91132	21999	69516	81652	27195	48223

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI STANDARTLASHTIRISH VA MUVOFIQLASHTIRISH BOSHQARMASI

Приложение С
(справочное)

Пример проведения оперативного контроля

В лабораторию поступил заказ на выполнение КХА партии из 23 проб. В соответствии с таблицей 1, для приемочного уровня 6,5 нормального контроля, устанавливают количество проб, направляемых на анализ для оперативной оценки воспроизводимости и приемочные числа.

Поскольку в лабораторию поступило 23 пробы, то число проб, которое необходимо было бы проконтролировать повторно равно 5, однако, для нормального контроля при приемочном уровне 6,5 в таблице 1 записано 1 из 8, следовательно, количество проб для повторного анализа должно быть 8, при этом допускается в одном случае «невоспроизвести» результат основного анализа.

Для выбора проб подлежащих контрольному анализу рекомендуется пользоваться таблицей случайных чисел (приложение В).

Примечание - Пример применения таблицы случайных чисел приведен в приложении Г.

Результаты основных и контрольных анализов вносят в таблицу С.1.

Таблица С.1 - Результаты контроля

Номера проб		Результаты анализа		Расхождение, отн., %	Допуск, отн., %	Заключение
первичной	повторной	первичного, %	повторного, %			
136	121	6,72	6,89	-2,50	3,32	Принят
143	122	6,78	6,82	-0,59	3,32	Принят
146	123	6,91	6,53	5,66	3,32	Брак
I58	124	6,84	6,71	1,92	3.32	Принят
110	125	6,73	6,85	-1,77	3,32	Принят
171	126	6,78	6,90	-1,75	3,32	Принят
119	127	6,82	6,84	-0,29	3,32	Принят
186	128	6,89	6,75	2,05	3,32	Принят

Расхождения между результатами основных и контрольных анализов, в относительных %, определяют по формуле:

$$d_B = \frac{2(C_1 - C_2)\cdot 100}{(C_1 + C_2)}$$

где C_1 и C_2 - результаты основного и контрольного измерений.

O`ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Поскольку методикой регламентировалось допустимое относительное СКО $\sigma_{D,r}$=l,2 %, то допустимое расхождение между результатами анализов определяют по формуле - d=2,77 $\sigma_{D,r}$ =3,32.

Из таблицы С.1 видно, что в контрольной выборке один анализ забракован. Партия проб тем не менее считается годной, так как согласно критериям, приведенным в таблице 1. партия анализов проб с контрольной выборкой восемь проб принимается с одним забракованным результатом (приемочное число С = 1).

Для контроля правильности результатов измерений параллельно с основными пробами на анализ направляют 3 (примерно 15 % от 23 проб) пробы стандартного образца. Аттестованное значение в стандартном образце 6,02 %. Воспроизведенные значения аттестованной характеристики 5,93 %; 6,11 %; 6,05 %.

Поскольку в методике приведены характеристики в относительных единицах то полученные расхождения между аттестованным и воспроизведённым значением стандартного образца пересчитывают по приведенной выше формуле. В результате пересчета получены относительные расхождения равные, в относительных процентах, -1,51; 1,48; 0,50.

Расхождения между аттестованным и измеренным значением характеристики стандартного образца не должно превышать величины П=1,44 $\sigma_{D,r}$=1.73 %.

Поскольку ни одна из разностей между результатом аттестованной и воспроизведенной характеристикой стандартного образца не превышают установленного значения, то результаты измерений партии из 23 проб не отягощены систематической погрешностью и результаты анализов могут быть выданы заказчику.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Приложение D
(справочное)

Пример проведения внутреннего статистического контроля

В партии, состоящей из 48 проб с порядковыми номерами от 141 до 188, пробирным методом была определена массовая доля золота.

Необходимо осуществить контроль качества проведения измерений.

Приемочный уровень равен 6,5 %, контроль - нормальный.

Согласно данным таблицы 1 объем контрольной выборки составляет восемь проб. Пользуясь таблицей случайных чисел, выделяем порядковые номера проб для контрольных анализов. Для этого произвольным образом в таблице случайных чисел выбирается число, например 52276 на пересечении строки 14 со столбцом 6. Поскольку номера проб представлены трёхзначным числом, а в таблице случайных чисел приведены пятизначные, следует принять решение, какие из пяти знаков использовать - первые три или три последних. Принимаем решение использовать три последних знака. Затем двигаясь по таблице по строкам, столбцам или диагоналям, определяем искомые номера проб. Выбираем движение по строкам и отбираем подряд восемь трехзначных чисел, пропуская те из них, которые меньше 141 и больше 188. так как в партии отсутствуют пробы с такими номерами. Если какое-либо число встречается дважды, то второй раз его пропускают. Если в одной строке (столбце) не набирается достаточного количества необходимых чисел, то переходят к следующей строке (столбцу). Итак, начав движение по строкам с числа 52267 находим: 178 (15/4), здесь и далее в числителе номер строки, а в знаменателе - столбца; 144 (16/8); 188 (17/9); 146 (18/6); 162 (19/1); 149 (19/7); 172 (21/5); 168 (21/6). Следовательно, контрольную выборку должны составить пробы с номерами 144, 146, 149, 162, 168, 172, 178, 188.

Пробы контрольной выборки зашифровывают и анализируют.

Результаты контроля приведены в таблице D.1.

Из таблицы D.1 видно, что в контрольной выборке один анализ забракован. Партия проб тем не менее считается годной, так как согласно критериям, приведенным в таблице 1, партия анализов проб с контрольной выборкой восемь проб принимается с одним забракованным результатом (приемочное число C = 1).

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Таблица D.1 - Результаты контроля

g/t

Номера проб		Результаты анализа		Расхождение	Допуск	Заключение
первичной	повторной	первичного	повторного			
178	011	0.4	0,6	-0,2	0,3	Принят
144	412	2.2	1,8	0,4	1,0	Принят
188	013	4,0	4,7	0,7	1,3	Принят
146	014	3,4	3,3	0,1	1,0	Принят
162	015	4,6	3,2	1,4	1,3	Брак
149	016	5,0	4,2	0,8	1,3	Принят
172	018	0,8	0,8	0	0,4	Принят
168	019	2,5	2,9	-0,4	1,0	Принят

Предположим, что необходимо провести усиленный контроль той же партии 48 проб. Из таблицы 1 видно, что приемочное число усиленного контроля равно единице, но не из восьми проб, а из 13, т.е. объем выборки равен 13, следовательно для проведения усиленного контроля в 48 проб необходимо случайным образом, как это было показано выше, отобрать 13 проб и из них лишь одна может быть забракована при повторном анализе.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Приложение E
(справочное)

Значение t-распределения (критерий Стьюдента)

уровень значимости 0,05 и 0,01; число степеней свободы f=m-l

m	0.05	0.01	m	0.05	0.01
1	12.7066	63.657	21	2.080	2.831
2	4.303	9.925	22	2.074	2.819
3	3.182	5.841	23	2069	2.807
4	2.776	4.604	24	2.064	2.797
5	2.571	4.032	25	2060	2.787
6	2.447	3.707	26	2.056	2.779
7	2.356	3.499	27	2.052	2.763
8	2.306	3.355	28	2.048	2.756
9	2.262	3.250	29	2.445	2.750
10	2.228	3.169	30	2.042	2.704
11	2.201	3.106	40	2.021	2.660
12	2.179	3.055	60	2.000	2.617
13	2.160	3.012	120	1.980	2.576
14	2.145	2.977	∞	1.960	
15	2.131	2.47			
16	2.120	2.921			
17	1.110	2.898			
18	2.101	2.878			
19	2.093	2.861			
20	2.086	2.845			

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Приложение F
(справочное)

Пример оценки значимости расхождений результатов анализов, полученных в контролируемой и контролирующей лабораториях

Результаты измерений массовой доли золота в пробах, проанализированных в двух лабораториях, представлены в таблице F.1.

Таблица F. 1 - Результаты измерений

Номер пробы	Результаты измерений, g/t		Расхождения g/t
	Лаборатория 1	Лаборатория 2	
1	1.9	1.6	+0.3
2	1.3	0.9	+0.4
3	1.0	0.8	+0.5
4	0.9	0.5	+0.4
5	1.2	0.9	+0.3
6	0.8	1.4	-0.6
7	2.0	1.4	+0.6
8	3.5	3.0	+0.5
9	2.6	3.0	-0.4
10	2.2	2.5	-0.3
11	3.5	2.8	+0.7

В таблице F.I результаты измерений в лабораториях 1 и 2 приведены как среднее арифметическое результатов основного анализа и контрольного при внутрилабораторном контроле.

В результате расчетов получены следующие значения:

$$R = \frac{\sum_{i=1}^{m}(X_1 - X_2)_i}{m} = 0{,}22\,; \qquad i=1;11$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m}(R - R_i)^2}{m-1}} = 0{,}45$$

$$t_{эксп} = \frac{|R|\sqrt{m}}{S} = 1{,}62 < t_{табл} = 2{,}23$$

$t_{табл}$- найдено по таблице приложения Д для числа степеней свободы f=11-1=10 и уровня значимости 0.05.

Поскольку условие формулы (6.5) настоящего стандарта выполняется, то систематические расхождения в результатах анализа, выполненного в контролирующей и контролируемой лабораториях, отсутствуют.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] Руководство ISO/IEC GUIDE 99:2007 (E/R) «Международный словарь метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие им термины (VIM)»

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

ОКС 17.020

Ключевые слова: оперативный контроль, статистический контроль, воспроизводимость, правильность, внутренний контроль, внешний контроль, арбитражный контроль, химический анализ, геологические пробы, лаборатория.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

Изм	Номер листов (страниц)				Всего листов	№ Докумен-та	Входящий № сопро-водитель-ного документа	Под-пись	Дата
	Изменен-ных	Заменен-ных	Новых	Аннулиро-ванных					

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор предприятия Государственного лаборатория» Госкомгеологии РУз «Центральная

«12» ноября 2018 г. С.В.Михайлов

«РАЗРАБОТАНО» :

Отдел оптико-петрографических исследований РГП «Центральная лаборатория» Госкомгеологии РУз.
Начальник отдела Х.С.Сабиров

«12» ноября 2018 г.

«СОГЛАСОВАНО»

Начальник Управления науки и инноваций Госкомгеологии РУз.
К.Р.Мингбоев

«12» ноября 2018 г.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI